

Pupuk super fosfat tunggal

Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup.....	1
2 Acuan normatif.....	1
3 Istilah dan definisi	1
4 Syarat mutu	1
5 Pengambilan contoh	1
6 Cara uji	2
7 Syarat lulus uji	8
8 Syarat penandaan	8
9 Pengemasan.....	8
Bibliografi	9

Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) *Pupuk super fosfat tunggal* adalah merupakan hasil revisi SNI 02-6246-2000.

Tujuan dari revisi standar ini :

1. Mendukung kebijakan pemerintah terkait dengan peningkatan kebutuhan subsidi akibat peningkatan biaya produksi pupuk dan pengamanan pasokan pupuk untuk memantapkan ketahanan pangan nasional.
2. Menindaklanjuti kebijakan pemerintah dalam rangka penyediaan standar pupuk super fosfat tunggal/SP-18, untuk memenuhi kebutuhan dan menjaga ketersediaan pupuk fosfat.
3. Meningkatkan perlindungan kepada konsumen, pelaku usaha, tenaga kerja dan masyarakat lainnya, baik untuk keselamatan, keamanan maupun fungsi lingkungan.
4. Membantu kelancaran dan mewujudkan persaingan usaha yang sehat dalam perdagangan.

Standar ini disusun oleh Panitia Teknis 71-01 Teknologi Kimia dan telah dibahas dalam rapat konsensus lingkup Panitia Teknis pada 20 Desember 2009 di Jakarta yang dihadiri oleh wakil-wakil dari pemerintah, produsen, konsumen, tenaga ahli, balai penguji dan institusi terkait lainnya. SNI ini juga telah melalui konsensus nasional yaitu jajak pendapat pada tanggal 30 November 2009 s.d 30 Januari 2010 dan langsung disetujui menjadi Rancangan Akhir SNI (RASNI) untuk ditetapkan menjadi SNI.

Pupuk super fosfat tunggal

1 Ruang lingkup

Standar ini menetapkan persyaratan dan cara uji pupuk Super Fosfat Tunggal

2 Acuan normatif

Berikut ini daftar referensi yang diperlukan dalam penyusunan standar ini. Untuk referensi yang tak bertanggal, digunakan edisi terakhir dari referensi yang disebut (termasuk jika ada amandemennya).

SNI 0428, *Petunjuk pengambilan contoh padatan*.

3 Istilah dan definisi

3.1

pupuk super fosfat tunggal tipe I

Pupuk fosfat buatan berbentuk butiran padat yang dihasilkan dari reaksi antara batuan fosfat dan asam sulfat atau dari reaksi antara batuan fosfat, asam sulfat, asam fosfat dan filler (utamanya gipsum), yang mengandung unsur hara fosfor dalam bentuk monokalsium fosfat, $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$

4 Syarat mutu

Tabel 1 - Syarat mutu pupuk super fosfat tunggal

No.	Uraian	Satuan	Persyaratan
1.	Kadar unsur hara fosfor sebagai P_2O_5 - P_2O_5 total - P_2O_5 larut asam sitrat 2 % - P_2O_5 larut air	% % %	min 18,5 min.18 min. 12
2.	Kadar belerang sebagai S	%	min. 5
3.	Kadar asam bebas sebagai H_3PO_4	%	maks. 4
4.	Kadar air	%	maks. 8
Catatan: semua persyaratan kecuali kadar air dihitung atas dasar bahan kering (adbk)			

5 Pengambilan contoh

Cara pengambilan contoh sesuai dengan SNI 0428.

6 Cara uji

6.1. Kadar unsur hara fosfor sebagai P_2O_5

Cara uji sesuai dengan *AOAC International 18th Edition, USA, 2005, butir 2.3.01 dan 2.3.02*, kecuali cara uji P_2O_5 larut asam sitrat 2 % sesuai dengan *Sampling and analysis solid fertilizer, 2nd edition, 1968, National Plant Food Institute*

6.1.1. Prinsip

Kadar P_2O_5 ditentukan secara kolorimetri. Ortofosfat yang terlarut direaksikan dengan amonium molibdovanadat membentuk senyawa kompleks molibdovanadat asam fosfat yang berwarna kuning. Intensitas warna kuning yang terbentuk diukur pada panjang gelombang 400 nm atau 420 nm.

6.1.2. Peralatan

- Timbangan analitis;
- Spektrofotometer;
- Labu ukur 100 mL, 250 mL dan 1000 ml;
- Pipet ukur 20 ml.
- Pipet gondok 5 ml
- Gelas piala 100 ml
- Erlenmeyer 100 ml
- Pemanas
- Corong
- Kertas saring Whatman 40
- Ayakan US mesh

6.1.3. Pereaksi

6.1.3.1. Asam perklorat, $HClO_4$ 70% p.a

6.1.3.2. Asam nitrat, HNO_3 65% p.a

6.1.3.3. Larutan asam sitrat 2 %

- a) Larutkan 100 g asam sitrat ($C_6H_8O_7 \cdot 4H_2O$) dalam akuades, encerkan menjadi 1 liter (larutan ini dapat diawetkan dengan penambahan 0,5 g asam salisilat);
- b) Sebelum digunakan, encerkan bagian larutan tersebut dengan akuades, dengan perbandingan 1 : 5.

6.1.3.4. Larutan standar fosfat

- a) Keringkan bahan standar KH_2PO_4 (52,15 %) pada suhu 105 °C selama 2 jam;
- b) Kemudian buat larutan standar 0,4 sampai dengan 1,0 mg P_2O_5 /mL dengan interval 0,1 mg dengan cara;
 - Timbang dengan teliti masing-masing 0,0767 g ; 0,0959 g; 0,1151 g; 0,1342 g; 0,1534 g; 0,1726 g dan 0,1918 g KH_2PO_4 , masing-masing masukkan ke dalam labu ukur 100 ml dan encerkan masing-masing menjadi 100 ml dengan akuades.
 - Persiapkan larutan standar baru yang mengandung 0,4 sampai dengan 0,7 mg P_2O_5 / ml setiap minggu.

6.1.3.5. Pembuatan kurva standar fosfat

- Pipet 5 ml dari masing-masing larutan standar (yang mengandung 2 sampai dengan 5 mg P_2O_5) dan blangko, masukkan masing-masing ke dalam labu ukur 100 ml;
- Tambahkan 45 ml akuades dan biarkan 5 menit;
- Tambahkan 20 ml larutan campuran Molibdovanadat dan tepatkan sampai tanda garis;
- Kocok dan biarkan selama 10 menit;
- Baca masing-masing larutan pada spektrofotometer dengan panjang gelombang 400 nm atau 420 nm.

6.1.3.6. Larutan pengembang warna (amonium molibdovanadat)

- Larutkan 40 g amonium molibdat tetrahidrat $(NH_4)_4 Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$ tambahkan 400 ml akuades hangat ($\pm 60^\circ C$), lalu dinginkan (Larutan A);
- Larutkan 2 g amonium metavanadat (NH_4VO_3) dalam 250 ml akuades hangat, dinginkan, kemudian tambahkan 450 ml 70 % $HClO_4$ (Larutan B);
- Campurkan kedua larutan tersebut (larutan A dan larutan B) kemudian aduk sampai homogen, encerkan sampai 2 liter dan simpan dalam botol berwarna. Pencampuran Larutan A dan B dilakukan pada saat akan digunakan.

6.1.4. Preparasi contoh :**6.1.4.1. P_2O_5 total**

- Timbang dengan teliti 1 g contoh yang halus (lolos US Mesh 80) , masukkan ke dalam gelas piala 250 ml;
- Tambahkan 20 sampai dengan 30 ml HNO_3 p.a;
- Didihkan perlahan-perlahan selama 30 sampai dengan 45 menit untuk mengoksidasi bahan yang mudah teroksidasi, kemudian dinginkan;
- Tambahkan 10 sampai dengan 20 ml $HClO_4$ 70 % sampai dengan 72 %;
- Didihkan perlahan-lahan sampai larutan tidak berwarna dan timbul asap putih pada gelas piala, kemudian dinginkan;
- Tambahkan 50 ml air suling dan didihkan beberapa menit, kemudian dinginkan;
- Masukkan ke dalam labu ukur 500 ml dan tepatkan dengan akuades sampai tanda garis dan kocok hingga homogen;
- Saring dengan kertas saring Whatman No.40;
- Tampung filtrat di dalam Erlenmeyer.

6.1.4.2. P_2O_5 larut dalam asam sitrat 2 % :

- Timbang teliti 1 gram contoh halus (lolos US Mesh 80), masukkan kedalam labu ukur 250 ml, tambahkan 150 ml larutan asam sitrat 2 % pada suhu $30^\circ C$, kocok selama 1 jam pada (30 sampai dengan 40) rpm dan suhu dijaga $30^\circ C$, dinginkan pada suhu ruang;
- Kemudian encerkan dengan akuades hingga tanda batas, segera saring menggunakan kertas saring kering.

6.1.4.3. P_2O_5 larut dalam air :

- Timbang 1 g contoh yang sudah dihaluskan (lolos US Mesh 80), masukkan ke dalam labu ukur 500 ml melalui corong yang sudah dilengkapi kertas saring,, cuci dengan akuades sedikit demi sedikit sampai volume 250 ml, pencucian dilakukan dalam waktu 1 jam, jika filtrat keruh tambahkan 1 sampai dengan 2 ml HNO_3 p.a;

- b) Kemudian encerkan dengan akuades hingga tanda batas.

6.1.5. Cara kerja

6.1.5.1. P_2O_5 total

- a) Pipet masing-masing 5 ml larutan contoh (mengandung 2 sampai dengan 3.5 mg P_2O_5) dan blangko, masukkan ke dalam labu ukur 100 ml;
- b) Tambahkan 45 ml akuades dan biarkan 5 menit;
- c) Tambahkan 20 ml larutan campuran molibdovanadat dan tepatkan sampai tanda garis;
- d) Kocok dan biarkan selama 10 menit;
- e) Baca pada spektrofotometer dengan panjang gelombang 400 nm;
- f) Buat kurva standar setiap kali melakukan pengujian contoh;
- g) Hitung koefisien koreksi kurva standar (minimal = 0,995);
- h) Lakukan pengerjaan minimal duplo.

6.1.5.2. P_2O_5 larut asam sitrat 2 %

- a) Pipet larutan contoh (0,5 mg sampai dengan 3,5 mg sebagai P atau 1 mg sampai dengan 8 mg sebagai P_2O_5) dan kurang dari jumlah setara 17 ml larutan asam sitrat 2 %;
- b) Masukkan kedalam labu ukur 100 ml, tambahkan 4 ml HNO_3 (1:1), tambahkan suplemen asam sitrat hingga setara dengan 17 ml larutan asam sitrat 2 % dan didihkan;
- c) Setelah dingin, encerkan dengan akuades secukupnya, tambahkan 20 ml pereaksi pengembang warna (amonium molibdovanadat), encerkan dengan akuades hingga tanda, kocok hingga homogen dan biarkan selama 30 menit;
- d) Pipet 10 ml masing-masing larutan standar, buat deret standar dengan interval 0,5 mg sebagai P atau 1 mg sebagai P_2O_5 (penggunaan larutan standar harus mempunyai absorbansi dibawah dan diatas contoh atau direkomendasikan absorbansi antara 0,1 sampai dengan 0,7). Masukkan ke dalam labu ukur 100 ml dan lakukan pengerjaan seperti pada contoh;
- e) Baca absorbansi dengan Spektrofotometer pada panjang gelombang 400 nm. Buat kurva standar dan tentukan kadar P atau P_2O_5 ;
- f) Buat kurva standar setiap kali melakukan pengujian contoh;
- g) Hitung koefisien koreksi kurva standar (minimal = 0,995);
- h) Lakukan pengerjaan minimal duplo;
- i) Lakukan pengecekan akurasi analisis dengan frekuensi tertentu (% perolehan kembali 95 % sampai dengan 105 %);

6.1.5.3. P_2O_5 larut air :

Cara kerja P_2O_5 larut air sama dengan cara kerja P_2O_5 total

6.1.5.4. Perhitungan

Kadar P_2O_5 total, larut asam sitrat 2 % dan P_2O_5 larut dalam air, (adbk) %

$$= \frac{C \times P}{W} \times 100 \times \frac{100}{(100 - KA)}$$

dengan :

C adalah fosfor atau P_2O_5 dari pembacaan kurva standar, mg
 P adalah pengenceran
 W adalah bobot contoh, mg
 KA adalah kadar air

6.2. Kadar belerang sebagai S

Cara uji sesuai dengan *AOAC International 18th Edition, USA, 2005, butir 2.6.28-(a)*

6.2.1. Prinsip

Senyawa belerang dalam contoh dilarutkan dalam asam, kemudian diendapkan dengan larutan barium klorida sebagai barium sulfat dan ditentukan secara gravimetri.

6.2.2. Peralatan

- Neraca analitis
- Gelas piala 400 ml
- Pengaduk gelas
- Corong dengan diameter 7 cm
- Cawan gooch
- Lemari pengering (oven) suhu 250 °C
- Glass fiber paper
- Pemanas

6.2.3. Pereaksi

6.2.3.1. Asam klorida, HCl p. a.

6.2.3.2. Barium klorida, $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ 10 %

Larutkan 100 gram $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ dengan akuades dalam labu ukur 1000 ml, kemudian tepatkan dengan akuades sampai tandabatas.

6.2.4. Cara kerja

- a) Timbang teliti 1 sampai dengan 2 g contoh (yang mengandung 100 sampai dengan 150 mg S) yang sudah halus (lolos US Mesh 80) kemudian masukkan ke dalam gelas piala 400 ml, tambahkan 200 ml akuades dan 15 ml HCl selanjutnya didihkan, biarkan mendidih selama 10 menit;
- b) Saring dengan cawan gooch yang diberi glass fiber paper, cuci dengan air panas. Pindahkan saringan kembali ke dalam gelas piala semula;
- c) Panaskan sampai hampir mendidih tambahkan pelan-pelan sambil diaduk 15 ml $BaCl_2$ 10 %. Panaskan tetapi tidak sampai mendidih selama 1 jam dan biarkan semalam (\pm 12 jam) pada temperatur ruang;

- d) Saring dengan cawan gooch yang diberi glass fiber paper, sudah dipanaskan 250°C, dinginkan dan ditimbang berat kosongnya (A);
- e) Cuci dengan air panas 10 kali, keringkan pada 250°C, dinginkan dalam desikator kemudian ditimbang (B);

6.2.5. Perhitungan

$$\text{Kadar Belerang sebagai S, (adbk) \%} = \frac{(B-A) \times 0.1374}{W} \times 100 \times \frac{100}{(100-KA)}$$

dengan :

- A adalah berat cawan kosong, gram
- B adalah berat cawan dan endapan BaSO₄, g
- W adalah bobot contoh, mg
- 0.1374 adalah faktor kimia S terhadap BaSO₄
- KA adalah kadar air

6.3. Kadar asam bebas sebagai H₃PO₄

6.3.1. Prinsip

Asam bebas dalam contoh dilarutkan dengan aseton, kemudian diencerkan 1:1 dengan akuades dan dititar dengan natrium hidroksida.

6.3.2. Peralatan

- Neraca analitis
- Lumpang porselin untuk menghaluskan contoh
- Ayakan mesh 40
- Erlenmeyer tutup asah 250 ml
- Pengaduk magnet
- Pipet gondok 50 mL, 100 ml
- Corong buret 50 ml
- Kertas saring Whatman 40
- Erlenmeyer 250 ml

6.3.3. Perekasi

- Aseton 99.5 % p.a
- NaOH (Natrium hidroksida) 0.25 N

Larutkan 10 g natrium hidroksida p.a tambah 1 liter dengan akuades, aduk sampai homogen. Larutan natrium hidroksida distandardisasi dengan asam oksalat, dititar menggunakan indikator fenolftalein.

- Indikator fenolftalein (PP) 1 %.

6.3.4. Cara kerja

- a) Timbang teliti (3 sampai dengan 5) g contoh yang telah dihaluskan (lolos US Mesh 80) ke dalam erlenmeyer tutup asah yang kering;
- b) Tambahkan 100 ml tepat aseton p.a, kemudian diaduk selama 30 menit menggunakan pengaduk magnet;

- c) Saring segera dengan kertas saring Whatman 40 ke dalam tempat yang kering, hindari kemungkinan penguapan;
- d) Pipet 50 ml masukkan kedalam erlenmeyer 250 mL yang kering (hindari kemungkinan penguapan);
- e) Tambahkan 50 ml akuades dan 3 tetes sampai dengan 4 tetes indikator fenolfhtalein;
- f) Titar dengan NaOH 0.25 N sampai titik akhir. Catat volume titran.

6.3.5. Perhitungan

$$\text{Kadar Asam Bebas sebagai H}_3\text{PO}_4, (\text{adbk}) \% = \frac{V \times N \times P \times 49}{W} \times \frac{100}{(100 - KA)} \times 100$$

dengan :

- V adalah volume NaOH yang dipakai untuk titrasi, dinyatakan dalam ml;
- N adalah normalitas NaOH 0,25 N;
- P adalah pengenceran;
- W adalah berat contoh, dinyatakan dalam mg;
- KA adalah kadar air, %.
- 49 adalah berat setara (Berat Molekul H₃PO₄ dibagi valensinya)

6.4. Kadar air

6.4.1. Prinsip

Kandungan air ditetapkan dengan pengeringan contoh pada 100 ± 1 °C. Pengurangan berat pada pemanasan dihitung sebagai kadar air.

6.4.2. Peralatan

- Neraca analitis
- Botol timbang
- Pemanas listrik (Oven) 100 ± 1 °C.
- Desikator
- Ayakan US Mesh 80

6.4.3. Pereaksi

6.4.4. Cara kerja

- a) Contoh ditumbuk sampai lolos ayakan US Mesh 80;
- b) Timbang teliti 2 g contoh kedalam botol timbang yang sudah diketahui beratnya;
- c) Keringkan pada 100 ± 1 °C selama 5 jam, kemudian dinginkan dalam desikator dan selanjutnya di timbang.

6.4.5. Perhitungan

$$\text{Kadar air, \%} = \frac{W_1}{W_2} \times 100\%$$

dengan :

- W1 adalah pengurangan bobot sesudah pengeringan, g
- W2 adalah bobot contoh, g

7 Syarat lulus uji

Produk dinyatakan lulus uji apabila memenuhi persyaratan mutu pada pasal 4 dalam mutu standar ini.

8 Syarat penandaan

Pada setiap kemasan harus dicantumkan label, dibuat dalam bahasa Indonesia, sekurang-kurangnya mencantumkan :

- a) Nama produk
- b) Nama dagang
- c) Kadar P_2O_5
- d) Isi dan berat bersih
- e) Lambang/logo
- f) Nama dan alamat produsen atau importir
- g) Tulisan "*jangan digancu*".

9 Pengemasan

Produk dikemas dalam wadah yang tertutup rapat, kuat, tidak mempengaruhi isi dan aman selama transportasi dan penyimpanan.

Bibliografi

Sampling and analysis solid fertilizer, 2nd edition, 1968, National Plant Food Institute



BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id